

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

correspond to  
↓ JP 3194108 B

(11)Publication number : 06-160316

(43)Date of publication of application : 07.06.1994

(51)Int.Cl.

G01N 25/68

(21)Application number : 04-317250

(71)Applicant : NIPPON SANZO KK

(22)Date of filing : 26.11.1992

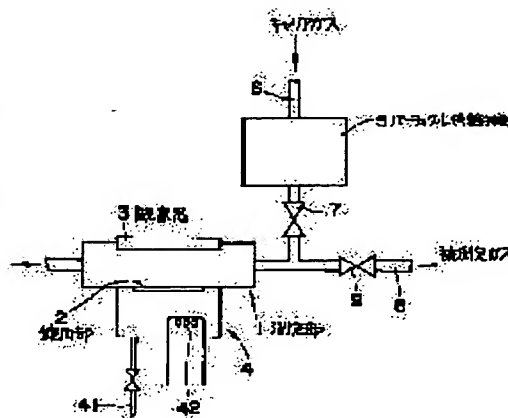
(72)Inventor : ISHIHARA YOSHIO  
IKEDA TAKUYA  
TAKASAKI TOSHIMICHI

## (54) MEASURING METHOD AND APPARATUS FOR WATER IN GAS

## (57)Abstract:

PURPOSE: To enable accurate measurement of water by supplying a gas containing particles before the supply of a gas to be measured to a mirror-finished part to promote the generation of dew formation in the supply of the gas to be measured.

CONSTITUTION: A gas to be measured is supplied to a measuring section 1 through a pipe 8 and a valve 9 while a mirror finished part 2 is cooled down gradually with a cooler 4 to observe dew formation of the mirror finished part 2 from an observation window 3. The concentration of water in the gas to be measured is calculation from the temperature of the mirror finished part 2 as given when dew formation occurs. Here, prior to the measurement of water, a carrier gas to be introduced from a pipe 6 is supplied to the measuring section 1 with a specified amount of particles being accompanied by a particle supply means 5 through a valve 7 to make massive particles adhere to the mirror finished part 2. This enables the measurement of the amount of the water the same with an atmospheric pressure ionization mass spectrograph thereby allowing the implementing of accurate measurement of the amount of water easily and in a short time even for a corrosive gas.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.10.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3194108

[Date of registration] 01.06.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Best Available Copy

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3194108号  
(P3194108)

(45) 発行日 平成13年 7 月30日 (2001. 7. 30)

(24) 登録日 平成13年 6 月 1 日 (2001. 6. 1)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

G 0 1 N 25/68

G 0 1 N 25/68

Z

請求項の数 3 (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平4-317250

(22) 出願日 平成 4 年11月26日 (1992. 11. 26)

(65) 公開番号 特開平6-160316

(43) 公開日 平成 6 年 6 月 7 日 (1994. 6. 7)

審査請求日 平成11年10月26日 (1999. 10. 26)

(73) 特許権者 000231235

日本酸素株式会社

東京都港区西新橋 1 丁目16番 7 号

(72) 発明者 石原 良夫

茨城県つくば市大久保10 日本酸素株式  
会社内

(72) 発明者 池田 拓也

栃木県小山市大字横倉新田498 日本酸  
素株式会社内

(72) 発明者 高崎 俊道

栃木県小山市大字横倉新田498 日本酸  
素株式会社内

(74) 代理人 100086210

弁理士 木戸 一彦 (外 1 名)

審査官 野村 伸雄

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ガス中の水分測定方法及び装置

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 冷却した鏡面部に被測定ガスを供給して該被測定ガス中の水分を前記鏡面部に結露させ、該結露の有無を外部から観察して前記被測定ガス中の水分を測定する方法において、前記鏡面部に被測定ガスを供給する前に、鏡面部にパーティクルを含むガスを供給することを特徴とするガス中の水分測定方法。

【請求項 2】 前記被測定ガスが、腐食性ガスであることを特徴とする請求項 1 記載のガス中の水分測定方法。

【請求項 3】 冷却した鏡面部に被測定ガスを供給して該被測定ガス中の水分を前記鏡面部に結露させ、該結露の有無を外部から観察して前記被測定ガス中の水分を測定する装置において、パーティクルを含むガスを前記鏡面部に供給するパーティクル供給手段を設けたことを特徴とするガス中の水分測定装置。

2

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ガス中の水分測定方法及び装置に関し、詳しくは、冷却した鏡面部に被測定ガス中の水分を結露させて、結露を生じた温度から被測定ガス中の水分量を測定する、いわゆる結露法によるガス中の水分測定方法及び装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 ガス中の水分を測定する方法として、結露法が知られている。この結露法は、被測定ガスを鏡面部（ミラー部）に供給しながら鏡面部を冷却していき、鏡面部表面の結露状態を外部から観察し、結露が生じたときの鏡面部の温度から被測定ガス中の水分量を算出するものである。

【0003】 上記結露法は、他の水分測定方法、例え

ば、大気圧イオン化質量分析計等に比べると、装置構成が簡単で安価であり、短時間で測定することができるという利点を有している。

#### 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記結露法の場合は、露点が高い（水分が少ない）方向に測定される誤差を生じることが多い。特に、被測定ガスが、半導体分野等で用いられる極めて高純度のガスの場合や、塩化水素、フッ化水素、塩素等の腐食性ガスの場合には、この傾向が強くなり、水分が少ない方向に測定される。

【0005】一方、前記大気圧イオン化質量分析計は、結露法に比べて精密な測定を行うことはできるが、極めて高価であり、また、測定に時間がかかるため、正確な水分を簡単に測定できる方法が望まれている。

【0006】そこで本発明者らは、従来の結露法で水分を正確に測定できない原因を究明した結果、被測定ガス中の水分が鏡面部で結露するためには、核となる物質が必要であることを知見した。

【0007】すなわち、一般のガスにおいては、該ガス中に含まれているパーティクル（超微粒子）が鏡面部に付着して、これが結露の核となるのに対し、前記半導体分野等で用いられる極めて高純度のガスの場合は、核となるガス中のパーティクルが少ないために水分が結露しにくく、これが水分が少ない方向に測定される原因となっていることが判明した。

【0008】また、前記腐食性のガスの場合は、これらのガスが半導体分野等でクリーニング用のガスとして用いられていることから判るように、これらのガスを物体の表面に吹き付けると、該物体の表面に付着している微小物質が化学反応を起こして腐食性ガスに同伴されて剥離される。したがって、結露法において鏡面部に核となるパーティクルがあっても、その量が僅かな場合には、鏡面部が腐食性ガスによりクリーニングされて核となる物質がなくなるため、水分が結露しにくくなって水分が少ない方向に測定されてしまう。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明のガス中の水分測定方法及び装置は、上記知見に基づいて成されたもので、結露法でガス中の水分を測定するにあたり、鏡面部に被測定ガスを供給する前に、鏡面部にパーティクルを含むガスをパーティクル供給手段から供給することの特徴とするものである。

#### 【0010】

【作 用】上記構成によれば、被測定ガスを供給する前の鏡面部に、結露の核となるパーティクルをあらかじめ付着させておくので、被測定ガスを供給した際の結露の発生が促進され、正確な水分測定を行うことができる。

#### 【0011】

【実施例】以下、本発明を、図面に示す一実施例に基づ

いてさらに詳細に説明する。図1は結露法によりガス中の水分を測定する装置の概略を示すものであって、測定部1は、その一面に鏡面部2を有し、その対向面に観察窓3を設けた筒状に形成されており、鏡面部2の背面には冷却器4が設けられている。この冷却器4には、液化窒素供給管41とヒーター42とが設けられており、鏡面部2を所望の温度に設定できるように形成されている。

【0012】さらに、前記測定部1には、該測定部1にパーティクルを含むガスを供給するパーティクル供給手段5が連設されている。このパーティクル供給手段5は、管6から導入されるキャリアガスに、所望量のパーティクルを同伴させて弁7を介して測定部1に供給するものであって、パーティクル供給手段5としては、適宜な超微粒子発生器を用いることができる。

【0013】なお、パーティクルを同伴するキャリアガスとしては、あらかじめ水分を1ppm以下に除去した乾燥空気や窒素ガスを用いることが好ましい。また、パーティクルは、低温側に移動する性質を有していることから、パーティクル導入時には、鏡面部2をある程度冷却しておき、より多量のパーティクルが鏡面部2に付着するようにすることが望ましい。

【0014】被測定ガス中の水分の測定は、被測定ガスを、管8、弁9を介して測定部1に供給するとともに、冷却器4で鏡面部2を次第に冷却していき、観察窓3から鏡面部2の結露状態を観察する。そして、結露が発生したときの鏡面部2の温度から被測定ガス中の水分濃度を算出する。このような結露法による水分測定装置における水分の測定限界は、通常、1ppmである。

#### 【0015】

【実験例】前記大気圧イオン化質量分析計により、水分量が300ppmと測定された塩化水素ガスを、上記方法で測定したところ、その水分量は1ppmという結果が得られた。これは、前述のように、鏡面部2が塩化水素によりクリーニングされて、結露の核となるパーティクルが鏡面部2にほとんど付着していないためである。

【0016】そこで、上記塩化水素ガス中の水分測定に先立って、前記パーティクル供給手段5からパーティクルを含むガスを測定部1に供給し、鏡面部2に多量のパーティクルを付着させた。その後、上記と同様に水分量300ppmの塩化水素ガスを測定部1に導入し、その水分量を測定した結果、大気圧イオン化質量分析計と同じ300ppmの水分量と測定された。

【0017】また、パーティクルをほとんど含まない半導体向け高純度ガスについて実験を行った結果も、鏡面部2にあらかじめパーティクルを付着させたときは、大気圧イオン化質量分析計と略同様の測定結果が得られたのに対し、パーティクルを付着させずに測定を行うと、水分量が少ないという結果が得られた。

【0018】なお、パーティクル供給手段5として超微

粒子発生器等を用いることにより、安定した状態でパーティクルを鏡面部2に供給することができるが、適当量のパーティクルを含むガスが得られる場合は、超微粒子発生器等を設けずに、前記ガスを直接鏡面部2に供給するようにしてもよい。また、パーティクルの大きさや量は、特に限定されるものではなく、測定するガスの種類や予想される水分量に応じて適宜に設定されるものである。

#### 【0019】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のガス中の水分測定方法及び装置は、結露法によりガス中の水分を測定するのに先立って、鏡面部にパーティクルを含むガスを供給してパーティクルを鏡面部に付着させておくから、パーティクル含有量が少ないガスや腐食性ガスの測

定を行うときでも、鏡面部に付着しているパーティクルが結露の核となって含まれている水分の結露を促進し、より正確な水分量の測定を行うことができる。

【0020】したがって、従来は結露法では水分量の測定を正確に行えず、高価な測定機器で時間をかけて行っていた種類のガス、特に腐食性ガスの場合でも、正確な水分量の測定を、容易に、かつ、短時間で行うことが可能になる。

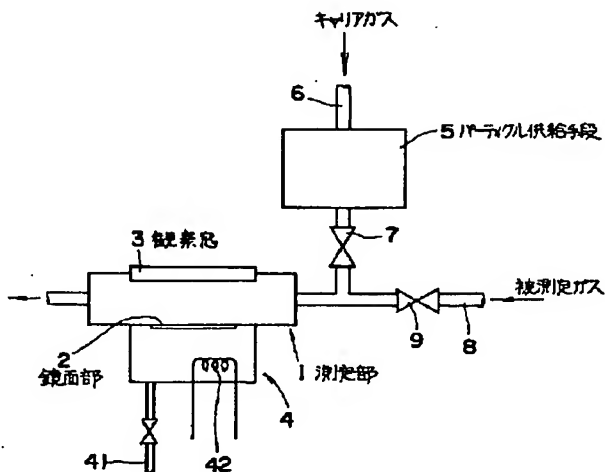
#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の一実施例を示す概略図である。

#### 【符号の説明】

1…測定部、2…鏡面部、3…観察窓、4…冷却器、5…パーティクル供給手段

【図1】



フロントページの続き

(56) 参考文献 特開 昭63-309846 (J P, A)  
特開 平6-43127 (J P, A)  
実開 昭57-5909 (J P, U)

(58) 調査した分野(Int.Cl.<sup>7</sup>, DB名)  
G01N 25/66 - 25/68